

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets

(11)



EP 1 016 932 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
05.07.2000 Patentblatt 2000/27

(51) Int. Cl.⁷: G03G 9/097

(21) Anmeldenummer: 99121453.7

(22) Anmelddetag: 28.10.1999

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU

MC NL PT SE

Benannte Erstreckungsstaaten:

AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: 16.12.1998 DE 19857912

(71) Anmelder:

Degussa-Hüls Aktiengesellschaft
60287 Frankfurt am Main (DE)

(72) Erfinder:

- Kerner, Dieter, Dr.
63450 Hanau (DE)
- Mangold, Helmut, Dr.
63517 Rodenbach (DE)
- Meyer, Jürgen, Dr.
63811 Stockstadt (DE)

(54) Toner und/oder Toner-Mischungen

(57) Toner und/oder Toner-Mischungen enthalten pyrogen hergestelltes Aluminiumoxid-Siliciumdioxid-Mischoxid. Dieses kann gegebenenfalls oberflächenmodifiziert sein.

EP 1 016 932 A1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft Toner und/oder Toner-Mischungen.

[0002] Aus der Patentschrift EP 0 585 544 sind flammenhydrolytisch hergestellte pulverförmige Silicium-Aluminium-Mischoxide amorpher Struktur mit einer Zusammensetzung von 65 bis 72,1 Gew.% Al_2O_3 und 27,9 bis 35 Gew.% SiO_2 und einer BET-Oberfläche zwischen 20 und 200 m^2/g bekannt.

[0003] Es hat sich nun gezeigt, daß sowohl die nach diesem Verfahren hergestellten Mischoxide als auch die nach dem nachstehend beschriebenen Verfahren oberflächenmodifizierten Typen hervorragende Eigenschaften als Toneradditiv besitzen.

[0004] Gegenstand der Erfindung sind Toner und/oder Tonermischungen, welche dadurch gekennzeichnet sind, daß sie pyrogen hergestelltes Aluminium-oxid-Siliciumdioxid-Mischoxid enthalten.

[0005] Als pyrogen hergestelltes Aluminiumoxid-Siliciumdioxid-Mischoxid kann bevorzugt ein bekanntes Al_2O_3/SiO_2 -Mischoxid, das in dem Dokument EP-B 0 585 544 beschrieben wird, eingesetzt werden.

[0006] In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung kann das Al_2O_3/SiO_2 -Mischoxid ein Verhältnis von Al_2O_3 zu SiO_2 von 65 ± 5 Gew.% Al_2O_3 und 35 ± 5 Gew.% SiO_2 aufweisen.

[0007] In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung kann pyrogen hergestelltes Al_2O_3/SiO_2 -Mischoxid oberflächenmodifiziert sein. Die Oberflächenmodifizierung kann auf bekanntem Wege gemäß dem Dokument EP-B 0 722 992 erfolgen.

[0008] Die erfindungsgemäßen Toner und/oder Toner-Mischungen weisen die folgenden Vorteile auf:

[0009] Die anwendungstechnischen Vorteile beim Einsatz der pyrogenen, hydrophoben Mischoxide in Tonerpulver sind:

- Besseres Fließverhalten des Tonerpulvers
- Stabileres Ladungsverhalten des Toners (schnellere Aufladbarkeit, höhere Ladung, konstante Ladung über die Zeit)

Beispiel 1

[0010] Die Herstellung des Al_2O_3/SiO_2 -Mischoxides geschieht folgendermaßen:

[0011] Entsprechend der im Beispiel 1 der EP-O 585 544 beschriebenen bekannten Brenneranordnung werden 1,4 Nm^3/h Kern- oder Reaktionswasserstoff zusammen mit 5,5 Nm^3/h Luft und 1,30 kg/h zuvor verdampften $SiCl_4$ vermischt. In diese etwa 200°C heiße Mischung werden weiterhin 2,34 kg/h gasförmiges $AlCl_3$ (das zuvor bei etwa 300°C verdampft wurde) zusätzlich eingespeist. Die erhaltene Mischung wird in einem Flammrohr verbrannt, wobei in dieses Flammrohr zusätzlich 12 Nm^3/h Luft eingespeist werden.

[0012] Nach dem Passieren des Flammrohrs wird das entstehende Pulver in einem Filter oder Zyklon von den salzsäurehaltigen Gasen getrennt. Der anhaftende Salzsäurerest wird durch Behandlung bei erhöhter Temperatur vom entstandenen Mischoxid abgetrennt.

[0013] Das Mischoxid weist die folgenden analytischen Daten auf:

[0014] Spezifische BET-Oberfläche 74 m^2/g , pH-Wert einer 4-prozentigen Dispersion 4,49, Schützgewicht 46 g/l, Stampfge wicht 56 g/l. Zusammensetzung des Pulvers: 65 Gew.% Al_2O_3 , 35 Gew.% SiO_2 .

Beispiel 2

[0015] Die Oberflächenmodifizierung des Mischoxids geschieht wie in EP-A 0722 992 beschrieben:

[0016] 600 g des Mischoxids werden in einem Pflugscharmischer vorgelegt und unter Mischen zunächst mit 30 g. destilliertem H_2O und anschließend mit 90 g HMDS (Hexamethyldisilazan) besprüht. Danach wird noch 15 Minuten weitergemischt und anschließend das Reaktionsgemisch 3 Stunden lang bei 140° C in einem Trockenschränk getrocknet.

[0017] Die physikalisch-chemischen Daten der Produkte sind wie folgt:

	Versuch 1	Versuch 2
Stampfdichte [g/l]	96	88
pH-Wert	7,4	7,8
C-Gehalt [m^2/g]	0,7	0,9
Oberfläche [m^2/g]	62	65
TV [%]	0,7	0,3
GV [%]	1,4	2,1

Beispiel 3

[0018] 1,8 kg des bereits beschriebenen Al_2O_3/SiO_2 -Mischoxids werden in einem Mischer vorgelegt und unter Mischen mit 0,27 kg Silikonöl besprüht, anschließend noch 15 Min. nachgemischt und danach bei 300°C über 2h unter N_2 -Atmosphäre einer Temperaturbehandlung unterzogen (Fließbett).

[0019] Physikalisch-chemische Daten:

[0019]

Stampfdichte [g/l]: 106
 BET-Oberfläche [m^2/g]: 57
 pH-Wert: 4,2
 C-Gehalt [%]: 1,3
 Trocknungsverlust [%]: 0,2

Glühverlust [%]: 1,6

Patentansprüche

1. Toner und/oder Toner-Mischungen, dadurch 5 gekennzeichnet, daß sie ein pyrogen hergestelltes Aluminiumoxid-Siliciumdioxid-Mischoxid enthalten.
2. Toner und/oder Toner-Mischungen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das pyrogen her- 10 gestellte Aluminiumoxid-Siliciumdioxid-Mischoxid oberflächenmodifiziert ist.
3. Toner und/oder Toner-Mischungen nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Oberflächen- 15 modifizierung mittels Hexamethyldisilazan erfolgt.
4. Toner und/oder Toner-Mischungen nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Oberflächen- 20 modifizierung mittels Silikonöl erfolgt.
5. Toner und/oder Toner-Mischungen nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Oberflächen- 25 modifizierung mittels D4 (=Octamethylcyclotetra-Siloxan) stattfindet.

30

35

40

45

50

55



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 99 12 1453

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE					
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betreff Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)		
D, X	GB 2 296 915 A (DEGUSSA) 17. Juli 1996 (1996-07-17) * Seite 6, Zeile 30; Ansprüche 1,4; Beispiel 2 *	1-5	G03G9/097		
X	DE 37 07 226 A (WACKER-CHEMIE) 15. September 1988 (1988-09-15) * Seite 2, Zeile 26 – Zeile 29; Ansprüche 1,3,4 *	1			
A	DE 42 02 694 C (DEGUSSA) 1. Juli 1993 (1993-07-01) * Ansprüche 1,3 *	1			
<table border="1"> <tr> <td>RECHERCHIERTE SACHGEBiete (Int.Cl.7)</td> </tr> <tr> <td>G03G</td> </tr> </table>				RECHERCHIERTE SACHGEBiete (Int.Cl.7)	G03G
RECHERCHIERTE SACHGEBiete (Int.Cl.7)					
G03G					
<p>Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt</p>					
Recherchenort EPOFORM 1503 03 82 (PdC99)	Abschlußdatum der Recherche 21. März 2000	Prüfer Vanhecke, H			
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE		<p>T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</p>			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur					

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 99 12 1453

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
Diese Angaben dienen nur zur Orientierung und erfolgen ohne Gewähr.

21-03-2000

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
GB 2296915	A	17-07-1996		DE 19500674 A EP 0722992 A FR 2729380 A JP 8253321 A US 6022404 A		18-07-1996 24-07-1996 19-07-1996 01-10-1996 08-02-2000
DE 3707226	A	15-09-1988		DE 3881098 A EP 0288693 A JP 2013284 C JP 4032381 B JP 63225247 A US 4902570 A		24-06-1993 02-11-1988 02-02-1996 29-05-1992 20-09-1988 20-02-1990
DE 4202694	C	01-07-1993		JP 2633790 B JP 5281777 A US 5384194 A US 5419928 A US 5501933 A		23-07-1997 29-10-1993 24-01-1995 30-05-1995 26-03-1996

